



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 1 136 246 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
26.09.2001 Patentblatt 2001/39

(51) Int Cl.7: **B30B 11/06**, B30B 11/02,
B30B 15/06

(21) Anmeldenummer: **01105728.8**

(22) Anmeldetag: **08.03.2001**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
**AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR**
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(71) Anmelder: **Henkel Kommanditgesellschaft auf
Aktien**
40589 Düsseldorf (DE)

(72) Erfinder: **Holderbaum, Thomas, Dr.**
40789 Monheim (DE)

(30) Priorität: **17.03.2000 DE 10013449**

(54) Verfahren zur Herstellung von Muldenformkörpern

(57) Es wird ein Verfahren zur Herstellung von Muldenformkörpern in einer Presse offenbart, bei dem man das zu verpressende Material in eine Matrize (1) füllt, deren Boden durch einen unteren Preßstempel (2) gebildet wird, der ein feststehendes oder als beweglicher Mittendorn ausgebildetes Prägeelement (3) aufweist, das Material in der Matrize zwischen dem unteren Preß-

stempel und einem oberen Preßstempel zu einem Muldenformkörper (4) preßt, gegebenenfalls eine weitere Schicht oder mehrere weitere Schichten zu verpressenden Materials auf die Oberseite des Muldenformkörpers (4) aufbringt und wie in Schritt b) zu einem mehrschichtigen Muldenformkörper verpreßt sowie den Muldenformkörper aus der Matrize entfernt.

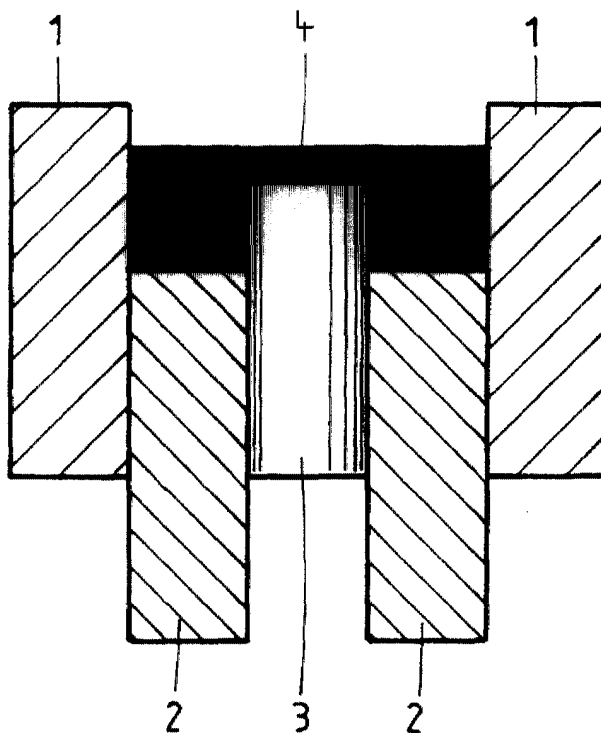


Fig. 1

EP 1 136 246 A2

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Muldenformkörpern, eine Vorrichtung zur Herstellung von Muldenformkörpern sowie die Verwendung einer erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Herstellung von Formkörpern.

[0002] Muldenformkörper werden üblicherweise hergestellt, indem man in die obere Seite eines großvolumigen Formkörpers, meistens einer Tablette, eine Mulde einprägt, die in einem anschließenden Konfektionierung mit einem anderen Material befüllt, insbesondere ausgegossen werden kann.

[0003] Muldenformkörper werden insbesondere aus Substanzen hergestellt, die in Kombination mit anderen Substanzen wirksam werden. Häufig ist dabei die Situation gegeben, daß die unterschiedlichen Substanzen dann ihre Wirkung am vorteilhaftesten entfalten, wenn sie in genau definierter Folge während der Anwendung in Lösung gehen, um in gelöster Form zusammenwirken zu können. Ein häufiges Anwendungsgebiet für diese Art der Wirkmittelzugabe ist das maschinelle Geschirrspülen. Um dem Anwender das Portionieren der Spülhilfsmittel oder allgemeiner der Wasch-, Spül-, Reinigungs- und Waschhilfsmittel zu erleichtern, werden die auf die Maschinenkapazität abgestimmten Zugabemengen zu Formkörpern, insbesondere Tabletten, verpreßt.

[0004] Pulverförmige oder körnige Wirkmittel, die wegen der vorbeschriebenen effektiveren Wirkungsentfaltung getrennt zugegeben werden sollen, werden dabei in diskreten Lagen übereinander verpreßt. Wenn eines oder mehrere der Kombinations-Wirkmittel ursprünglich in pastöser oder flüssiger, beispielsweise geschmolzener Form vorliegen, die für eine Verpressung ungeeignet ist, stellt die Einförmung einer Mulde in die Formkörperoberfläche eine bewährte Form für die Gestaltung eines sämtlichen gewünschten Substanzen einer Wirkmittel-Kombination aufnehmenden Formkörpers dar. In diese Mulde können die flüssigen, geschmolzenen und/oder pastösen Wirkmittel eingegeben werden und darin nach der Befüllung verfestigen.

[0005] Bei der üblichen Einförmung einer Mulde in die Formkörperoberfläche, wie sie beispielsweise in den Patentanmeldungen DE 198 38 103.4 und PCT/EP 99/05863 beschrieben wird, kann es jedoch nachteiligerweise zu einer Überpressung des Formkörperbereichs unterhalb des die Mulde formenden Prägeelements kommen. Diese Überpressung führt zu einer ungleichmäßigen Dichteverteilung innerhalb des Formkörpers und zu einer verringerten Löslichkeit des überpreßten Bereiches bei Wasch-, Spül-, Reinigungs- und Waschhilfsmittelformkörpern. Dergleiche Effekt tritt bei solchermaßen hergestellten pharmazeutischen Produkten in Tablettenform oder bei Süßwarentabletten auf. Auch bei Muldenformkörpern, bei denen die Löslichkeit keine Rolle spielt, ist eine Überpressung von Nachteil. Der überpreßte Bereich einer entsprechend

hergestellten Grillkohletablette brennt beispielsweise schlechter als die nicht überpreßten Bereiche.

[0006] Der vorliegenden Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von Muldenformkörpern bereitzustellen, das die Überpressung von Teilbereichen des Muldenformkörpers vermeidet.

[0007] Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung von Muldenformkörpern in einer Presse, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man

a) das zu verpressende Material in eine Matrize (1) füllt, deren Boden durch einen unteren Preßstempel (2) gebildet wird, der ein feststehendes oder als beweglicher Mittendorn ausgebildetes Prägeelement (3) aufweist,

b) das Material in der Matrize zwischen dem unteren Preßstempel und einem vorzugsweise planen oberen Preßstempel zu einem Muldenformkörper (4) preßt,

c) gegebenenfalls eine weitere Schicht oder mehrere weitere Schichten zu verpressenden Materials auf die Oberseite des Muldenformkörpers (4) aufbringt und wie in Schritt b) zu einem mehrschichtigen Muldenformkörper verpreßt sowie

d) den Muldenformkörper aus der Matrize entfernt.

[0008] Das zu verpressende, meist pulverförmige oder feinkörnige Material wird beim Einfüllen in Schritt a) des erfindungsgemäßen Verfahrens in der Preßmatrize ungleichmäßig verteilt. Über dem Prägeelement befindet sich weniger Material als über den anderen Bereichen des unteren Preßstempels. Dies hat zur Folge, daß das Material an den Stellen, an denen das Profil des Preßstempels die höchsten Erhebungen aufweist - nämlich über dem Prägeelement - nicht oder nur unwesentlich stärker komprimiert werden muß als über den anderen Bereichen des Preßstempels. Da außerdem das zu verpressende Material den höchsten Druckspitzen zumindest teilweise durch eine Bewegung in Richtung der weniger hoch beanspruchten Bereiche ausweichen vermag, treten in den Bereichen der höchsten Profilerhebungen keine Überpressungseffekte auf.

[0009] Das Prägeelement besteht in der Regel im wesentlichen aus einem harten und dauerhaft belastbaren Material. Entsprechende Materialien sind dem Fachmann bekannt und können in Abhängigkeit von dem zu verpressenden Gut ausgewählt werden. Beispielsweise kann das Prägeelement aus Metall, insbesondere Stahl; aus Keramischen Werkstoffen; oder in einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung aus einem harten Kunststoff bestehen.

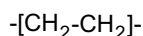
[0010] Der Begriff "Kunststoffe" charakterisiert dabei im Rahmen der vorliegenden Erfindung Materialien, de-

ren wesentliche Bestandteile aus solchen makromolekularen organischen Verbindungen bestehen, die synthetisch oder durch Abwandeln von Naturprodukten entstehen. Sie sind in vielen Fällen unter bestimmten Bedingungen (Wärme und Druck) schmelz- und formbar. Kunststoffe sind also prinzipiell organische Polymere und können entweder nach ihren physikalischen Eigenschaften (Thermoplaste, Duroplaste und Elastomere), nach der Art der Reaktion ihrer Herstellung (Polymerisate, Polykondensate und Polyaddukte) oder nach ihrer chemischen Natur (Polyolefine, Polyester, Polyamide, Polyurethane usw.) klassifiziert werden.

[0011] Harte Kunststoffe erfüllen dabei insbesondere das Anforderungsprofil, daß das Prägeelement zugleich hart und widerstandsfähig gegen hohe Flächenbelastungen sein, zum anderen aber auch reibungsmindernde oder schmierende Eigenschaften aufweisen soll.

[0012] Der Begriff "Härte" ist im Rahmen der vorliegenden Erfindung die Bezeichnung für den Widerstand, den ein Festkörper dem Eindringen eines anderen Körpers entgegensetzt. Ein übliches dynamisches Verfahren zur Härtebestimmung ist das Rücksprung-Verfahren. Die auf diese Weise ermittelte Shore-Härte wird bei Stahl durch die Kugelfallprobe als Rückprallhärte bestimmt bzw. bei Gummi und anderen Elastomeren als Eindring-Widerstand gegen einen Kegelstumpf gemessen. Bei härteren Kunststoffen, z.B. bei harten Thermoplasten und besonders bei Duroplasten, mißt man die Kugeldruckhärte als Quotient aus Prüfkraft und Oberfläche des Eindrucks einer Stahlkugel (5 mm Durchmesser) nach 10, 30 od. 60 Sekunden unter Last.

[0013] Als Kunststoffmaterialien für das Prägeelement haben sich insbesondere Polyolefine, vorzugsweise Polyethylen oder Polypropylen, bewährt. Polyethylene (PE) sind dabei zu den Polyolefinen gehörende Polymere mit Gruppierungen des Typs

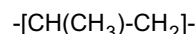


als charakteristischer Grundeinheit der Polymerkette. Polyethylene werden durch Polymerisation von Ethylen nach zwei grundsätzlich unterschiedlichen Methoden, dem Hochdruck- und dem Niederdruck-Verfahren hergestellt. Die resultierenden Produkte werden entsprechend häufig als Hochdruck-Polyethylen bzw. Niederdruck-Polyethylen bezeichnet; sie unterscheiden sich hauptsächlich hinsichtlich ihres Verzweigungsgrades und damit verbunden in ihrem Kristallinitätsgrad und ihrer Dichte. Beide Verfahren können als Lösungspolymerisation, Emulsionspolymerisation oder Gasphasenpolymerisation durchgeführt werden.

Beim Hochdruck-Verfahren fallen verzweigte Polyethylene mit niedriger Dichte (ca. 0,915-0,935 g/cm³) und Kristallinitätsgraden von ca. 40-50% an, die man als LD-PE-Typen bezeichnet. Produkte mit höherer Molmasse und dadurch bedingter verbesserter Festigkeit und

Streckbarkeit tragen die Kurzbezeichnung HMW-LDPE (HMW=high molecular weight). Durch Copolymerisation des Ethylens mit längerkettigen Olefinen, insbesondere mit Buten und Octen, kann der ausgeprägte Verzweigungsgrad der im Hochdruck-Verfahren hergestellten Polyethylene reduziert werden; die Copolymere haben das Kurzzeichen LLD-PE (linear low density polyethylene). Die Makromoleküle der Polyethylene aus Niederdruck-Verfahren sind weitgehend linear und unverzweigt. Diese Polyethylene (HDPE) haben Kristallinitätsgrade von 60-80% und eine Dichte von ca. 0,94-0,965 g/cm³. Sie sind als Prägeelementmaterialien besonders geeignet.

[0014] Polypropylene (PP) sind thermoplastische Polymere des Propylens mit Grundeinheiten des Typs



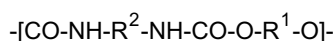
[0015] Polypropylene können durch stereospezifische Polymerisation von Propylen in der Gasphase oder in Suspension zu hochkristallinen isotaktischen oder zu weniger kristallinen syndiotaktischen bzw. zu amorphen ataktischen Polypropylenen hergestellt werden. Technisch wichtig ist insbesondere das isotaktische Polypropylen, bei dem alle Methylgruppen auf einer Seite der Polymerkette lokalisiert sind. Polypropylen zeichnet sich durch hohe Härte, Rückstellfähigkeit, Steifheit und Wärmebeständigkeit aus und ist im Rahmen der vorliegenden Erfindung somit ein geeignetes Prägeelementmaterial.

Eine Verbesserung der mechanischen Eigenschaften der Polypropylene erreicht man durch Verstärkung mit Talkum, Kreide, Holzmehl oder Glasfasern, und auch das Aufbringen metallischer Überzüge ist möglich.

[0016] Neben den Polyolefinen sind Polyamide im Rahmen der vorliegenden Erfindung bevorzugt einsetzbare Prägeelementmaterialien. Polyamide sind hochmolekulare Verbindungen, die aus durch Peptid-Bindungen verknüpften Bausteinen bestehen. Die synthet. Polyamide (PA) sind bis auf wenige Ausnahmen thermoplastische, kettenförmige Polymere mit wiederkehrenden Säureamid-Gruppierungen in der Hauptkette. Nach dem chemischen Aufbau lassen sich die sogenannten Homopolyamide in zwei Gruppen einteilen: den Aminocarbonsäure-Typen (AS) und den Diamin-Dicarbonsäure-Typen (AA-SS); dabei bezeichnen A Amino-Gruppen und S Carboxy-Gruppen. Erstere werden aus einem Baustein durch Polykondensation (Aminosäure) oder Polymerisation (ω -Lactam), letztere aus zwei Bausteinen durch Polykondensation (Diamin und Dicarbonsäure) gebildet. Codiert werden die Polyamide aus unverzweigten aliphatischen Bausteinen nach der Anzahl der C-Atome. So ist die Bezeichnung PA 6 beispielsweise das aus ϵ -Aminocaprinsäure oder ϵ -Caprolactam aufgebaute Polyamid und. PA 12 ist ein Poly(ϵ -laurinlactam) aus ϵ -Laurinlactam. Beim Typ AA-SS werden zuerst die Kohlenstoff-Anzahl des Diamins und

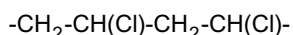
dann die der Dicarbonsäure genannt: P A 66 (Polyhexamethylenadipinamid) entsteht aus Hexamethylen-diamin (1,6-Hexandiamin) und Adipinsäure, PA 610 (Polyhexamethylensebacinamid) aus 1,6-Hexandiamin und Sebacinsäure, PA 612 (Polyhexamethylendodecanamid) aus 1,6-Hexandiamin und Dodecandisäure. Die genannten Polyamid-Typen sind im Rahmen der vorliegenden Erfindung bevorzugte Materialien für das Prägeelement.

[0017] Polyurethane (PUR) sind durch Polyaddition aus zwei- und höherwertigen Alkoholen und Isocyanaten zugängliche Polymere (Polyaddukte) mit Gruppierungen des Typs



als charakteristische Grundeinheiten der Basis-Makromoleküle, bei denen R¹ für einen niedermolekularen oder polymeren Diol-Rest und R² für eine aliphatische oder aromatische Gruppe steht. Technisch wichtige PUR werden hergestellt aus Polyester- und/oder Polyetherdiolen und beispielsweise aus 2,4- bzw. 2,6-Toluoldiisocyanat (TDI, R²=C₆H₃-CH₃), 4,4'-Methylen-di(phenylisocyanat) (MDI, R²=C₆H₄-CH₂-C₆H₄) oder Hexamethylen-diisocyanat [HMDI, R²=(CH₂)₆]. Tablettierstempel, deren Prägeelement aus einem Polyurethan besteht, sind erfindungsgemäß ebenfalls bevorzugt.

[0018] Ein weiteres bevorzugtes Prägeelementmaterial ist Polyvinylchlorid (PVC), insbesondere Hart-PVC. Als Polyvinylchloride bezeichnet man die bei der Homopolymerisation von Vinylchlorid (VC) anfallenden Polymere. PVC wird technisch durch Verfahren der Suspensionspolymerisation (S-PVC), der Mikro-Suspensionspolymerisation, der Emulsionspolymerisation (E-PVC) oder der Substanz- bzw. Massepolymerisation (M-PVC) hergestellt. Die weitaus größte Bedeutung haben Suspensionspolymerisations-Verfahren. Die anfallenden Polymere haben die allg. Grundstruktur



die aus der Kopf/Schwanz-Polymerisation des Monomeren resultiert. Die Makromoleküle der PVC sind nicht streng linear; sie haben in Abhängigkeit vom Monomer-Umsatz u. der Polymerisations-Temp. ca. 3-20 kurze Seitenketten pro 1000 C-Atome. Techn. PVC haben Molmassen von ca. 30000-130000 g/mol, die K-Werten von 45-80 entsprechen. Bei allen Polymerisations-Verfahren fallen zunächst sehr kleine PVC-Primärteilchen an, die sich bei höherem Monomer-Umsatz zu wesentlich größeren Sekundärteilchen zusammenlagern. Die gewünschte Morphologie der PVC-Teilchen, z.B. glatt, kompakt, unregelmäßig geformt oder porös, wird über die verwendeten Polymerisations-Hilfsmittel (Schuttkolloide, Emulgatoren) und Rühr-Bedingungen eingestellt. Die VC-Polymerisation wird radikalisch initiiert

und in der Regel bei Monomer-Umsätzen von 75-90% abgebrochen. Das nicht umgesetzte Vinylchlorid wird destillativ weitestgehend aus den Polymerisationsansätzen entfernt und durch Intensiventgasung auf zulässige niedrigste Restgehalte abgesenkt. PVC wird durch Extrudieren, Kalandrieren, Blasformen, Spritzgießen, Pressen oder Sintern verarbeitet und zwar zur Herstellung erfindungsgemäß einsetzbarer Prägeelemente mit Gehalten an Weichmachern von 0-12% (Hart-PVC). Die Weichmacher-Aufnahmefähigkeit der PVC nimmt mit steigender Molmasse u. Porosität der PVC-Teilchen zu. Die thermische Labilität der PVC erfordert den Zusatz von Hilfsmitteln (Stabilisatoren, Gleitmittel u.a.) bei der Verarbeitung. Hart-PVC ist gegen Wasser, Säuren, Laugen, Alkohole, Benzine u. Öle beständig. Viele Lösungsmittel (Benzol, Treibstoff-Gemische) wirken jedoch quellend. Um der Alterung des PVC vorzubeugen setzt man Stabilisatoren zu, die den bei freiwerdenden Chlorwasserstoff binden und gleichzeitig als Antioxidantien wirken; als Stabilisatoren eignen sich anorganische Schwermetall-Salze, Metall-Seifen insbesondere von Ba, Cd, Pb, Zn, Ca, ferner Dibutyl- und Dioctylzinn-Verbindungen und epoxidiertes Sojaöl. Um die Schlagzähigkeit von Hart-PVC in der Kälte zu steigern, wird es mit Kautschuk, Acrylatkautschuk, Methacrylat/Butadien/Styrol-Copolymeren (MBS), Acrylnitril-Butadien-Styrol-Copolymeren (ABS) oder chloriertem Polyethylen modifiziert. Zur besseren Verarbeitbarkeit und Wärmeform-Beständigkeit können außerdem Polymere wie Poly(α-methylstyrol), MMA- und Acrylat-haltige Copolymere, verschiedene Pfropfcopolymere etc. eingearbeitet werden.

[0019] Die genannten Kunststoffe können allein als Prägeelementmaterialien eingesetzt werden, sie können aber auch mit Beschichtungen oder Laminierungen aus Metallen oder anderen Stoffen versehen oder selber als Beschichtungsmittel für Prägeelemente aus anderen Materialien eingesetzt werden.

[0020] Besonders bewährt hat sich im Rahmen der vorliegenden Erfindung der Einsatz glasfaserverstärkter Kunststoffe als Prägeelementmaterial. Glasfaserverstärkte Kunststoffe (GFK) sind Verbundwerkstoffe aus einer Kombination von einer Matrix aus Polymeren und als Verstärker wirkenden Glasfasern. Die zur Faserverstärkung verwendeten Glasmaterialien liegen in den GFK als Fasern, Garne, Rovings (Glasseidenstränge), Vliese, Gewebe oder Matten vor. Als polymere Matrixsysteme für GFK sind sowohl Duroplaste (wie beispielsweise Epoxidharze, ungesättigte Polyesterharze, Phenol- u. Furanharze), als auch Thermoplaste (wie beispielsweise Polyamide, Polycarbonate, Polyacetale, Polyphenylenoxide und -sulfide, Polypropylene und Styrolcopolymeren) geeignet. Das Gewichtsverhältnis zwischen Verstärkerstoff und Polymermatrix liegt üblicherweise im Bereich von 10:90-65:35, wobei die Festigkeitseigenschaften der GFK in der Regel bis zu einem Verstärkergehalt von ca. 40 Gew.-% zunehmen. Die Herstellung der GFK erfolgt vorwiegend in Preßver-

fahren; weitere wichtige Fertigungsverfahren sind Handlaminier-, Faserspritz-, kontinuierliche Imprägnier-, Wickel- und Schleuderverfahren. Vielfach geht man auch von sogenannten Prepregs, mit Harzen vorimprägnierten Glasfasermaterialien, aus, die unter Anwendung von Druck in der Wärme gehärtet werden. Die GFK zeichnen sich gegenüber den nicht verstärkten Matrixpolymeren durch erhöhte Zug-, Biege- und Druckfestigkeit, Schlagzähigkeit, Formbeständigkeit und Stabilität gegenüber dem Einfluß von Wärme, Säuren, Salzen, Gasen oder Lösungsmitteln aus. Im Rahmen der vorliegenden Erfindung haben sich insbesondere glasfaserverstärktes Polytetrafluoethylen und glasfaserverstärkte Polyamide als Prägeelementmaterialien bewährt.

[0021] Das Prägeelement muß nicht homogen aus einem Material bestehen. Es kann auch eine vorzugsweise scheibenförmige Einlage aus einem anderen Material aufweisen. Erfindungsgemäß bevorzugt ist der Einsatz eines Prägeelementes aus einem der zuvor genannten harten Materialien, das eine Einlage aus aus einem reversibel verformbaren Material aufweist. Das reversibel verformbare Material ist vorzugsweise ein Material mit einer Härte von etwa 40 bis 99 Shore A nach DIN 53505, vorzugsweise ein Polyurethan-Werkstoff, zum Beispiel insbesondere Vulkollan®, oder ein Polyvinylchlorid (PVC), zum Beispiel insbesondere Mipolam®.

Ein solches Prägeelement, das eine Einlage aus aus einem reversibel verformbaren Material aufweist, wird besonders bevorzugt als feststehendes Prägeelement eingesetzt.

[0022] Die Dimension des Prägeelements kann der Dimension des herzustellenden Formkörpers angepaßt werden, so daß die im Formkörper resultierende Mulde im Vergleich zum Formkörpervolumen geeignete Ausmaße aufweist. Bevorzugte Muldentiefen liegen im Bereich von etwa 5 bis etwa 8 mm, insbesondere von etwa 6 bis etwa 7 mm. Für übliche Formkörpergeometrien und -größen hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn das Prägeelement ein Volumen von 0,5 bis 5 ml, bevorzugt von 0,6 bis 3 ml und insbesondere von 0,8 bis 2 ml aufweist. Das Volumen des Prägeelementes ist dabei als das Volumen zu verstehen, das das Prägeelement als Mulde in den Formkörper hineinprägt.

[0023] Auch die Dimension der Grundfläche des unteren Preßstempels wird der Dimension des herzustellenden Formkörpers angepaßt, so daß die Grund- und Oberseite der Formkörper im Vergleich zum Formkörpervolumen geeignete Ausmaße aufweist. Für übliche Formkörpergeometrien und -größen von Wasch- und Reinigungsmittelformkörpern hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn die Grundfläche des Preßstempels 5 bis 30 cm², bevorzugt von 5 bis 20 cm² und insbesondere 8 bis 12 cm² beträgt.

[0024] Für das erfindungsgemäße Verfahren geeignet ist auch der in der Patentanmeldung PCT/EP 99/05863, auf die hiermit in vollem Umfang Bezug ge-

nommen wird, beschriebene Tablettierstempel.

[0025] Wird in dem erfindungsgemäßen Verfahren ein feststehendes Prägeelement eingesetzt, so weist dieses vorzugsweise eine gewölbte Kuppelform auf, wodurch die Ablösung des Formkörpers erleichtert wird.

[0026] Außer einem feststehenden Prägeelement ist erfindungsgemäß auch ein als beweglicher Mittendorn ausgebildetes Prägeelement einsetzbar. Ein Tablettierstempel mit beweglichem Mittendorn wird in der Patentanmeldung DE 198 38 396.7 beschrieben, auf die hiermit vollumfänglich Bezug genommen wird.

[0027] Ein solcher erfindungsgemäß einsetzbarer Stempel ist aus mindestens zwei, vorzugsweise genau zwei unabhängig voneinander und parallel zueinander beweglichen Teilstempeln aufgebaut. Wird das erfindungsgemäße Verfahren auf einer Rundlaufpresse durchgeführt, benötigt jeder Teilstempel des Unterstempels eine eigene Unterstempelbahn, damit eine voneinander unabhängige Beweglichkeit der Teilstempel gewährleistet ist. Auch die übrigen Teile, die bei herkömmlichen Rundlaufpressen für die Bewegung der einteiligen Unterstempel sorgen, wie beispielsweise Druckrollen und optional einzusetzende Niederzugschienen sind bei dieser Ausführungsform der vorliegenden Erfindung in jeweils zwei Ausführungen erforderlich.

Da mit zunehmender Komplexität der Preßflächen der beiden Teilstempel anwendungstechnische Probleme wie Stempelanbackungen, Deckeln, übermäßiger Verschleiß usw. stark ansteigen, ist es erfindungsgemäß bevorzugt, einen Unterstempel einzusetzen, der aus einem Mittendorn und einem diesen Mittendorn umschließenden Ringstempel besteht. Es gibt es eine Vielzahl von Gestaltungsmöglichkeiten für Ringstempel und Mittendorn. So kann beispielsweise bei einer eckigen Matrize und einem auf diese Matrize angepaßten Ringstempel mit eckigem Grundriß der Stirnfläche (Preßfläche) ein eckiger oder ein runder Mittendorn verwendet werden, was zu unterschiedlich geformten Mulden führt. Vorzugsweise weist der Mittendorn eine ellipsenformige, kreisrunde oder rechteckige Stirnfläche auf. Bei dieser Ausgestaltungsform weist der den Mittendorn umgebende Ringstempel eine ebenfalls kreisrunde Bohrung auf, in der der Mittendorn frei auf und ab bewegt werden kann. Diese Geometrie hat keinen Einfluß auf den äußeren Grundriß der Stirnfläche der Matrize (und damit des Ringstempels) - hier sind nach wie vor sämtliche Formvarianten möglich. Aus ästhetischen Gründen sind allerdings ebenfalls kreisrunde Matrizen zu bevorzugen. Bei dieser speziellen Ausgestaltungsform weist der Ringstempel einen Grundriß in Form zweier konzentrischer Kreise auf.

[0028] Im Verlauf des Preßvorgangs in Schritt b) des erfindungsgemäßen Verfahrens berührt der obere Preßstempel (Oberstempel) das zu verpressende Material (Vorgemisch) und senkt sich weiter in Richtung des unteren Preßstempels (Unterstempels) ab. Bei dieser Verdichtung werden die Partikel des Vorgemisches näher aneinander gedrückt, wobei das Hohlraumvolu-

men innerhalb der Füllung zwischen den Stempeln kontinuierlich abnimmt. Ab einer bestimmten Position des Oberstempels (und damit ab einem bestimmten Druck auf das Vorgemisch) beginnt die plastische Verformung, bei der die Partikel zusammenfließen und es zur Ausbildung des Formkörpers kommt. Je nach den physikalischen Eigenschaften des Vorgemisches wird auch ein Teil der Vorgemischpartikel zerdrückt und es kommt bei noch höheren Drücken zu einer Sinterung des Vorgemischs.

[0029] Das erfindungsgemäße Verfahren gestattet auch die Herstellung mehrschichtiger Muldenformkörper, indem man zwei oder mehrere Schichten zu verpressenden Materials (Vorgemische) bereitet, die aufeinander verpreßt werden und die gleich oder voneinander und/oder der ersten Schicht verschieden sein können. Hierbei wird in Schritt b) das zuerst eingefüllte Vorgemisch leicht vorverpreßt, um eine glatte Oberseite zu erhalten, und nach Einfüllen des zweiten Vorgemischs in Schritt c) zum fertigen Formkörper endverpreßt. Bei drei- oder mehrschichtigen Formkörpern erfolgt nach jeder Vorgemisch-Zugabe eine weitere Vorverpressung, bevor nach Zugabe des letzten Vorgemischs der Formkörper endverpreßt wird.

Aufgrund des zunehmenden technischen Aufwands sind in der Praxis maximal zweischichtige Formkörper bevorzugt. Hierbei können aus der Aufteilung bestimmter Inhaltsstoffe auf die einzelnen Schichten Vorteile erzielt werden.

Eine bevorzugte Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens umfaßt die Herstellung zweischichtiger Muldenformkörper, enthaltend Wasch- oder Reinigungsmittel, indem zwei unterschiedliche teilchenförmige Vorgemische aufeinander gepreßt werden, von denen eines ein oder mehrere Bleichmittel und das andere ein oder mehrere Enzyme enthält. Nicht nur diese Trennung von Bleichmittel und Enzymen kann Vorteile bringen, auch die Trennung von Bleichmitteln und optional einzusetzenden Bleichaktivatoren kann vorteilhaft sein, so daß erfindungsgemäße Verfahrensvarianten bevorzugt sind, bei denen in den Schritten b) und c) zweischichtige Formkörper, die eine Mulde aufweisen, hergestellt werden, indem zwei unterschiedliche teilchenförmige Vorgemische aufeinander gepreßt werden, von denen eines ein oder mehrere Bleichmittel und das andere ein oder mehrere Bleichaktivatoren enthält.

[0030] Gewicht und Form des entstehenden Muldenformkörpers werden durch die Stellung des unteren Preßstempels und die Form des Preßwerkzeugs bestimmt. Der obere Preßstempel ist erfindungsgemäß vorzugsweise planar, kann jedoch auch zum Zwecke der Einprägung von Mustern, Buchstaben oder Schriftzügen erhaben ausgebildet sein.

[0031] Die gleichbleibende Dosierung in den Schritten a) bzw. c), auch bei hohen Formkörperdurchsätzen, wird vorzugsweise über eine volumetrische Dosierung des Vorgemischs erreicht. Die Muldenformkörper können dabei in vorbestimmter Raumform und vorbestimm-

ter Größe gefertigt werden. Als Raumform kommen praktisch alle sinnvoll handhabbaren Ausgestaltungen in Betracht, die mit der Einförmigkeit einer Mulde in den Formkörper vereinbar sind; beispielsweise also die Ausbildung als Tafel, die Stab- bzw. Barrenform, Würfel, Quader und entsprechende Raumelemente mit ebenen Seitenflächen sowie besondere zylinderförmige Ausgestaltungen mit kreisförmigem oder ovalem Querschnitt. Diese letzte Ausgestaltung erfaßt dabei die Darbietungsform von der Tablette bis zu kompakten Zylinderstücken mit einem Verhältnis von Höhe zu Durchmesser oberhalb 1.

[0032] Im letzten Schritt d) des erfindungsgemäßen Verfahrens wird der fertige Muldenformkörper vorzugsweise durch den Unterstempel aus der Matrize herausgedrückt und gegebenenfalls durch nachfolgende Abstreif- und Transporteinrichtungen wegbeefördert.

[0033] Die Verpressung erfolgt in geeigneten Pressen, vorzugsweise in handelsüblichen Tablettenpressen, die prinzipiell mit Einfach- oder Zweifachstempeln ausgerüstet sein können. Im letzteren Fall wird nicht nur der Oberstempel zum Druckaufbau verwendet, auch der Unterstempel bewegt sich während des Preßvorgangs auf den Oberstempel zu, während der Oberstempel nach unten drückt. Für kleine Produktionsmengen werden vorzugsweise Exzentertablettenpressen verwendet, bei denen der oder die Stempel an einer Exzentrerscheibe befestigt sind, die ihrerseits an einer Achse mit einer bestimmten Umlaufgeschwindigkeit montiert ist. Die Bewegung dieser Preßstempel ist mit der Arbeitsweise eines üblichen Viertaktmotors vergleichbar. Die Verpressung kann mit je einem Ober- und Unterstempel erfolgen, es können aber auch mehrere Stempel an einer Exzentrerscheibe befestigt sein, wobei die Anzahl der Matrizenbohrungen entsprechend erweitert ist. Die Durchsätze von Exzenterpressen variieren ja nach Typ von einigen hundert bis 3000 Tabletten pro Stunde. Für größere Durchsätze wählt man vorzugsweise Rundlauftablettenpressen, bei denen auf einem sogenannten Matrizentisch eine größere Anzahl von Matrizen kreisförmig angeordnet ist. Die Zahl der Matrizen variiert je nach Modell zwischen 6 und 55, wobei auch größere Matrizen im Handel erhältlich sind. Jeder Matrize auf dem Matrizentisch ist ein Ober- und Unterstempel zugeordnet, wobei wiederum der Preßdruck aktiv entweder nur durch den Ober- bzw. Unterstempel, oder auch durch beide Stempel aufgebaut werden kann. Der Matrizentisch und die Stempel bewegen sich um eine gemeinsame senkrecht stehende Achse, wobei die Stempel mit Hilfe schienenartiger Kurvenbahnen während des Umlaufs in die Positionen für Befüllung, Verdichtung, plastische Verformung und Ausstoß gebracht werden. An den Stellen, an denen eine besonders gravierende Anhebung bzw. Absenkung der Stempel erforderlich ist (Befüllen, Verdichten, Ausstoßen), werden diese Kurvenbahnen durch zusätzliche Niederdruckstücke, Niederzugschienen und Aushebebahnen unterstützt. Die Befüllung der Matrize erfolgt über eine starr

angeordnete Zuführeinrichtung, den sogenannten Füllschuh, der mit einem Vorratsbehälter für das Vorge-
misch verbunden ist. Der Preßdruck auf das Vorge-
misch ist über die Preßwege für Ober- und Unterstempel individuell einstellbar, wobei der Druckaufbau durch
das Vorbeirollen der Stempelschaftköpfe an verstellbaren Druckrollen geschieht.

[0034] Rundlaufpressen können zur Erhöhung des Durchsatzes auch mit zwei Füllschuhen versehen werden, wobei zur Herstellung eines Formkörpers nur noch ein Halbkreis durchlaufen werden muß. Zur Herstellung zwei- und mehrschichtiger Formkörper werden vorzugsweise mehrere Füllschuhe hintereinander angeordnet, ohne daß die leicht angepreßte erste Schicht vor der weiteren Befüllung ausgestoßen wird. Auch Rundlauf-
tablettenpressen sind mit Einfach- oder Mehrfachwerkzeugen ausrüstbar, so daß beispielsweise ein äußerer Kreis mit 50 und ein innerer Kreis mit 35 Bohrungen gleichzeitig zum Verpressen benutzt werden. Die Durchsätze moderner Rundlauf-
tablettenpressen betragen über eine Million Formkörper pro Stunde. Bei hohen Durchsätzen besteht insbesondere beim Einsatz eines feststehenden Prägeelementes im Unterstempel die Gefahr einer Kollision zwischen dem in Schritt d) des erfindungsgemäßen Verfahrens über die Oberfläche des rotierenden Matrizentisches hinausragenden Prägeelement und dem Füllschuh. Eine solche Kollision kann erfindungsgemäß dadurch vermieden werden, daß man in den Schritten a) und c) mindestens einen Füllschuh einsetzt, der einen tunnelähnlichen Kanal aufweist, durch den das beim Anheben des unteren Preßstempels über den rotierenden Matrizentisch vorstehende Prägeelement berührungsfrei hindurchgleiten kann.

[0035] Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens zweckmäßig umrüstbare Tablettiermaschinen sind beispielsweise erhältlich bei den Firmen Apparetebau Holzwarth GbR, Asperg, Wilhelm Fette GmbH, Schwarzenbek, Hofer GmbH, Weil, KILIAN, Köln, KOMAGE, Kell am See, KORSCH Pressen GmbH, Berlin, Mapag Maschinenbau AG, Bern (CH) sowie Collrtoy N. V., Halle (BE/LU). Besonders geeignet ist beispielsweise die Hydraulische Doppeldruckpresse HPF 630 der Firma LAEIS, D.

[0036] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist eine Vorrichtung zur Herstellung von Muldenformkörpern in einer Presse, die dadurch gekennzeichnet ist, daß der untere Preßstempel das die Mulde formende Prägeelement aufweist.

Vorzugsweise besteht das Prägeelement aus einem harten Werkstoff, insbesondere aus Keramik, Metall oder einem harten Kunststoff, vorzugsweise aus Polyethylen, insbesondere aus HDPE, Polypropylen, Polyamid, Polyurethan, Hart-PVC, glasfaserverstärkte Kunststoffen, insbesondere aus glasfaserverstärktem Polytetrafluoroethylen oder glasfaserverstärktem Polyamid und/oder es ist mit einer Beschichtung aus einem der vorgenannten Stoffe versehen. Das Prägeelement

kann auch eine vorzugsweise scheibenförmige Einlage aus einem reversibel verformbaren Material aufweisen, vorzugsweise aus einem Material mit einer Härte von etwa 40 bis 99 Shore A nach DIN 53505, besonders bevorzugt aus einem Polyurethan-Werkstoff, insbesondere aus Vulkollan®, oder einem Polyvinylchlorid (PVC), insbesondere aus Mipolam®.

[0037] Das die Mulde formende Prägeelement (3) ist entweder feststehend in den unteren Preßstempel (2) integriert, wie in Figur 2 dargestellt, oder als beweglicher Mitteldorn in einem mehrteiligen, insbesondere zweiteiligen, unteren Preßstempel (2) ausgebildet, wie in Figur 1 dargestellt. Ein Prägeelement, das eine Einlage aus einem reversibel verformbaren Material aufweist, wird besonders bevorzugt als feststehendes Prägeelement eingesetzt.

[0038] Vorzugsweise setzt man eine Rundlaufpresse ein, besonders bevorzugt eine Rundlaufpresse, die mit mindestens einem Füllschuh bestückt ist, der einen tunnelähnlichen Kanal aufweist, durch den das beim Anheben des unteren Preßstempels über den rotierenden Matrizentisch vorstehende Prägeelement berührungsfrei hindurchgleiten kann.

Pressen, in denen die erfindungsgemäße Vorrichtung zum Einsatz kommen kann, sind oben bereits ausführlich beschrieben worden. Vorteilhaft einsetzbare Prägeelemente und Materialien zu deren Herstellung sind ebenfalls oben bereits ausführlich beschrieben worden.

[0039] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung einer erfindungsgemäßen Vorrichtung zur Herstellung von Formkörpern in der pharmazeutische Industrie, in der chemischen Industrie, in der oder für die Nahrungsmittel-, Tiernahrungsmittel- und Süßwarenindustrie; zur Herstellung von Grillkohleformkörpern oder insbesondere zur Herstellung von Wasch-, Spül-, Reinigungs- oder Waschhilfsmittelformkörpern. Erfindungsgemäß vorteilhaft verpreßbare Materialien und Gemische zur Herstellung von Wasch-, Spül-, Reinigungs- oder Waschhilfsmittelformkörpern sind in der Patentanmeldung DE 198 31 704.2 beschrieben, auf die hiermit in vollem Umfang Bezug genommen wird.

[0040] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Muldenformkörper, insbesondere eine Muldentablette, besonders bevorzugt eine zweischichtige Muldentablette, hergestellt mit einer erfindungsgemäßen Vorrichtung.

[0041] Das folgenden Beispiel erläutert die Erfindung, ohne sie jedoch darauf einzuschränken:

[0042] Eine handelsübliche Rundlauf-Tablettenpresse wurde mit folgendem Presswerkzeug bestückt:

- a) Oberstempel rund, d=34 mm, mit feststehendem, zylindrischen, konzentrischen Prägeelement, h= 5 mm, d=15 mm
- b) Matrize rund, d=34 mm
- c) Unterstempel rund, d=34 mm, plane Oberfläche, beschichtet mit Vulkollan 80 Shore A

und ein Vorgemisch folgender Zusammensetzung verpresst:

52,0%	Natriumtripolyphosphat
32,0%	Natriumcarbonat
10,0%	Natriumperborat
2,5%	TAED (Tetraacetylendiamin)
1,0%	Benzotriazol
2,5%	C ₁₂ -Fettalkohol mit 3 EO

[0043] Zum Vergleich wurde das Vorgemisch unter identischen Pressbedingungen mit vertauschtem Ober- und Unterstempel verpresst. Die beiden Tabletten, hergestellt mit Prägeelement im Oberstempel (Tablette 1) bzw. Prägeelement im Unterstempel (Tablette 2) wurden gleichzeitig in eine Becherglas mit 2 Liter Wasser bei 50°C gegeben und unter Rühren gelöst. Man beobachtete eine weitgehend identische Löslichkeit des ringförmigen Bereichs um die Mulde. Der Bereich unter der Mulde von Tablette 1 löste sich allerdings deutlich langsamer als der von Tablette 2.

Bezugszeichenliste:

[0044]

- 1 Matrize
- 2 Ringstempel
- 3 Mittendorn
- 4 Muldenformkörper (einschichtig)

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Muldenformkörpern in einer Presse, **dadurch gekennzeichnet, daß** man
 - a) das zu verpressende Material in eine Matrize (1) füllt, deren Boden durch einen unteren Preßstempel (2) gebildet wird, der ein feststehendes oder als beweglicher Mittendorn ausgebildetes Prägeelement (3) aufweist,
 - b) das Material in der Matrize zwischen dem unteren Preßstempel und einem oberen Preßstempel zu einem Muldenformkörper (4) preßt,
 - c) gegebenenfalls eine weitere Schicht oder mehrere weitere Schichten zu verpressenden Materials auf die Oberseite des Muldenformkörpers (4) aufbringt und wie in Schritt b) zu einem mehrschichtigen Muldenformkörper verpreßt sowie
 - d) den Muldenformkörper aus der Matrize entfernt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** man ein Prägeelement einsetzt, das im wesentlichen aus einem harten Werkstoff, insbesondere aus Keramik, Metall oder einem harten Kunststoff, vorzugsweise aus Polyethylen, insbesondere aus HDPE, Polypropylen, Polyamid, Polyurethan, Hart-PVC, glasfaserverstärkte Kunststoffen, insbesondere aus glasfaserverstärktem Polytetrafluoethylen oder glasfaserverstärktem Polyamid besteht und/oder mit einer Beschichtung aus einem der vorgenannten Stoffe versehen ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet, daß** man ein Prägeelement einsetzt, das eine vorzugsweise scheibenförmige Einlage aus einem reversibel verformbaren Material aufweist, vorzugsweise aus einem Material mit einer Härte von etwa 40 bis 99 Shore A nach DIN 53505, besonders bevorzugt aus einem Polyurethan-Werkstoff, insbesondere aus Vulkollan®, oder einem Polyvinylchlorid (PVC), insbesondere aus Mipolam®.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** man in Schritt b) einen planar ausgebildeten oberen Preßstempel einsetzt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** man in Schritt d) den Muldenformkörper durch Anheben des unteren Preßstempels aus der Matrize entfernt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** man als Presse eine Rundlaufpresse einsetzt.
7. Verfahren nach Anspruch 5 oder 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** man in den Schritten a) und c) einen Füllschuh einsetzt, der einen tunnelähnlichen Kanal aufweist, durch den das beim Anheben des unteren Preßstempels über den rotierenden Matrizenstück vorstehende Prägeelement berührungsfrei hindurchgleiten kann.
8. Vorrichtung zur Herstellung von Muldenformkörpern in einer Presse, **dadurch gekennzeichnet, daß** der untere Preßstempel (2) das die Mulde formende Prägeelement (3) aufweist.
9. Vorrichtung nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Prägeelement im wesentlichen aus einem harten Werkstoff, insbesondere aus Keramik, Metall oder einem harten Kunststoff, vorzugsweise aus Polyethylen, insbesondere aus HDPE, Polypropylen, Polyamid, Polyurethan, Hart-PVC, glasfaserverstärkte Kunststoffen, insbesondere aus glasfaserverstärktem Polytetrafluoethylen

oder glasfaserverstärktem Polyamid besteht und/
oder mit einer Beschichtung aus einem der vorge-
nannten Stoffe versehen ist.

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Prägeelement eine vorzugsweise scheibenförmige Einlage aus einem reversibel verformbaren Material aufweist, vorzugsweise aus einem Material mit einer Härte von etwa 40 bis 99 Shore A nach DIN 53505, besonders bevorzugt aus einem Polyurethan-Werkstoff, insbesondere aus Vulkollan®, oder einem Polyvinylchlorid (PVC), insbesondere aus Mipolam®. 5
10

11. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** das die Mulde formende Prägeelement feststehend in den unteren Preßstempel integriert ist und vorzugsweise eine gewölbte Kuppelform aufweist. 15
20

12. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** das die Mulde formende Prägeelement als beweglicher Mittendorn in einem mehrteiligen, insbesondere zweiteiligen, unteren Preßstempel ausgebildet ist. 25

13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 11 oder 8 bis 10 und 12, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Presse eine Rundlaufpresse ist. 30

14. Vorrichtung nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet, daß** die Rundlaufpresse mit einem Füllschuh bestückt ist, der einen tunnelähnlichen Kanal aufweist, durch den das beim Anheben des unteren Preßstempels über den rotierenden Matrizentisch vorstehende Prägeelement berührungsfrei hindurchgleiten kann. 35

15. Verwendung einer Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 11, 13 und 14 oder 8 bis 10 und 12 bis 14, zur Herstellung von Formkörpern in der pharmazeutische Industrie, in der chemischen Industrie, in der oder für die Nahrungsmittel-, Tiernahrungsmittel- und Süßwarenindustrie; zur Herstellung von Grillkohleformkörpern oder insbesondere zur Herstellung von Wasch-, Spül-, Reinigungs- oder Waschlösungsmittelformkörpern. 40
45

16. Muldenformkörper, insbesondere Muldentablette, besonders bevorzugt zweischichtige Muldentablette, hergestellt mit einer Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 11, 13 und 14 oder 8 bis 10 und 12 bis 14. 50

55

Figuren:

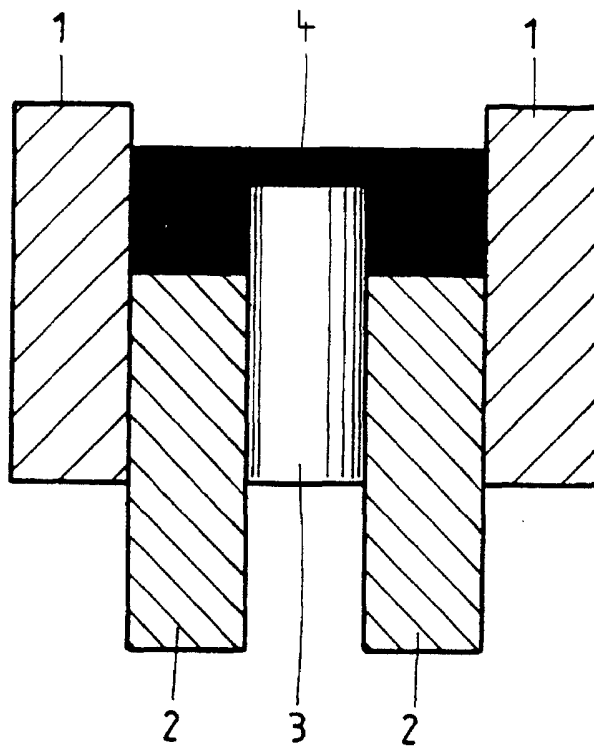


Fig. 1

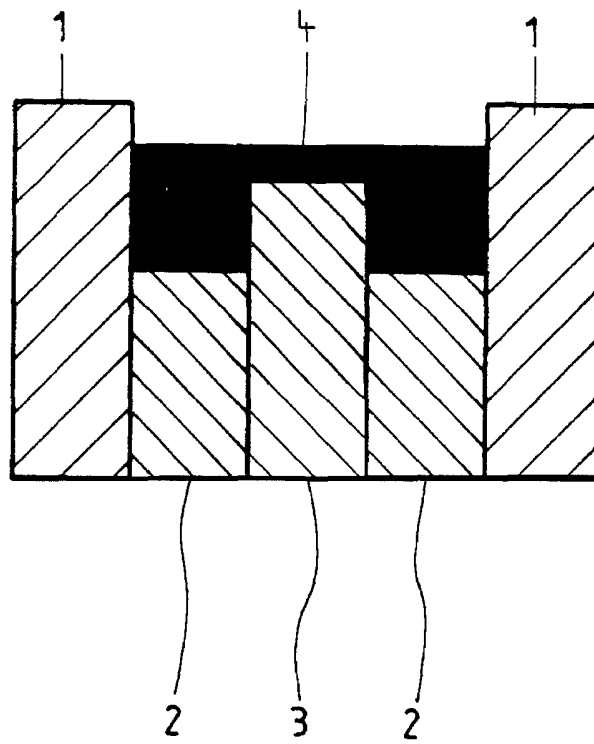


Fig. 2